OENOCHEMICAL
ELECTRONIC DISTILLING UNIT
SUPER D.E.E.
WARNING
ALARM
WORKING
VOLATILE
Pronto
Avvio
A
B
C
SHIFT
MODE
CE

INDICE - INDEX

1 DISIMBALLO

Togliere con cura gli strumenti dal cartone e posizionarli su un supporto. Identificare i contenitori con i reattivi, la vetreria e gli altri accessori.
Verificare visivamente tutti i pezzi ed eventualmente annotare ogni minimo danno: in tal caso avvisare il trasportatore e il rivenditore entro tre giorni.

1.1 DOTAZIONE

Vetreria

3	Matracci da 100 con tappo
1	Matraccio da 200 con tappo
2	Beute da 300 ml con tappo
1	Spruzzetta da 500 ml
1	Flacone da 100 ml con tappo contagocce
3	Pipette in plastica contagocce

Reattivi

1	500 ml	ossido di calcio CaO sospensione al 12%
1	250 ml	acido tartarico al 50 %
1	100 ml	antischiuma
1	500 ml	soluzione per liquori
1	500 ml	soluzione lavaggio ugello vapore (soluzione B)

Dotazione per l’installazione

1	Tubo per l’arrivo dell’acqua con fascette stringitubo
1	Tubo di scarico dell’acqua con fascetta stringitubo
1	Tubo scarico ampolla
1	Tubo pompa peristaltica
1	Tubo vapore

Ricambi

1	Cartuccia di ricambio per H_2O (colonna demineralizzazione)

NOTA
I matracci sono tarati ed intercambiabili in massa, non in volume. La loro capacità viene indicata semplicemente con 100 e 200, non un valore in millilitri.
Ai fini della determinazione del TAV (Titolo Alcolometrico Volumico) è necessaria la ripetibilità della quantità prelevata prima della distillazione e quella ottenuta come distillato.

1.2 COLLEGAMENTO ELETTRICO DEL SUPER DEE

Tensione:
220V (-10/+15%) - 50 Hz

Assorbimento:
3300 W max
2600 W normale

Figura 1

1.3 COLLEGAMENTO IDRICO DEL SUPER DEE

ACQUA

Pressione minima : 2 bar
Temperatura max : 20 °C
Portata : 5 litri/min.

Attenzione - Pulire periodicamente il filtro in funzione della "durezza" dell'acqua.

Filtro ingresso acqua magnetico per blocco particelle pesanti

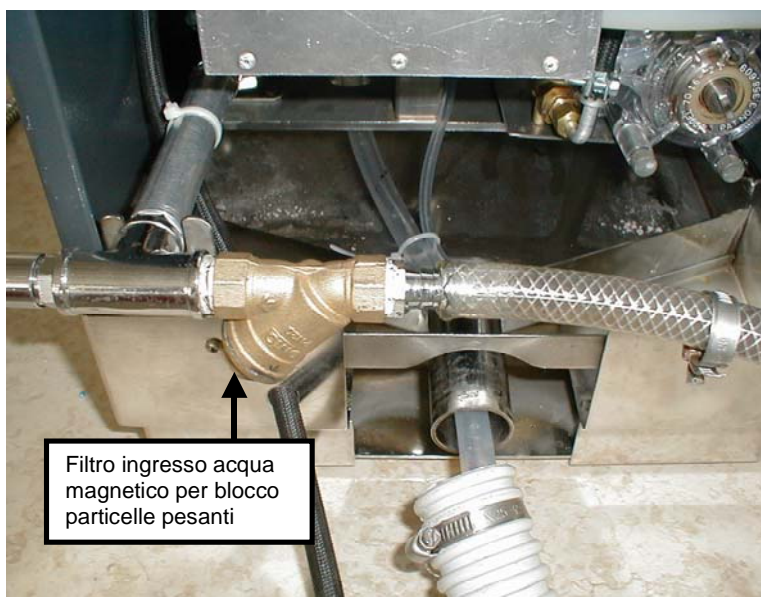



Figura 2

L'acqua di raffreddamento del refrigerante viene utilizzata per il lavaggio della vaschetta.
Se necessario un ulteriore lavaggio, impostare "Alcool". Con ampolla vuota mettere matraccio e avviare.

1.4 DIMENSIONI E PESI

Dimensioni: L30 x P48 x H102 cm Peso netto: 41 kg

2 CARATTERISTICHE GENERALI

2.1 DESCRIZIONE

Distillatore automatico per vini, bevande spiritose e birre, per la determinazione del titolo alcolometrico volumico e dell'acidità volatile.
Il campione da analizzare (100 o 200 ml per il titolo alcolometrico volumico, 20 ml per l'acidità volatile) viene introdotto nell'ampolla di distillazione insieme ai reattivi opportuni. Il distillato viene raccolto in un matraccio tarato, posizionato sul braccio di una bilancia di precisione, che arresta la distillazione quando viene raggiunta la quantità prestabilita. Per l'acidità volatile, il distillato viene raccolto in una beuta da 300 ml.
Il distillatore SUPER DEE può essere utilizzato per la determinazione di altri parametri analitici dei vini (per esempio acido sorbico, anidride solforosa totale). Per ulteriori informazioni si rimanda al libro "Metodi di analisi dei vini e delle bevande spiritose" Gibertini –Edizione corrente.
Il distillatore SUPER DEE è dotato di un dispositivo ecologico per la riduzione del consumo dell'acqua di refrigerazione: il passaggio dell'acqua nel refrigerante avviene unicamente durante la distillazione e tiene pulita la vaschetta di scarico.
Il SUPER DEE è costruito secondo le direttive CEE 2006/42 e CEE 85/375 a tutela dell'incolumità degli analisti. Gli strumenti sono inoltre conformi alla direttiva CEE 2004/108 (compatibilità elettromagnetica).

2.2 TEMPI DI ESECUZIONE

Vini	100 ml	3 - 4 minuti
Vini	200 ml	6 - 7 minuti
Acidità volatile	250 ml	6 - 7 minuti
Bevande spiritose		4 - 8 minuti

2.3 Comparazione con i metodi ufficiali

Sia per il titolo alcolometrico volumico che per l'acidità volatile, lo strumento è conforme ai metodi di riferimento OIV, come prescritto dal Regolamento CEE n. 606/2009.

2.3.1 Titolo alcolometrico volumico

Per i vini la normativa vigente prevede la possibilità di utilizzare qualunque modello di apparecchio di distillazione o di estrazione in corrente di vapor d'acqua a condizione che essi soddisfino il seguente saggio:

- Distillare 5 volte di seguito una miscela idroalcolica al 10 %vol. Dopo l'ultima distillazione, il distillato deve presentare un titolo alcolometrico volumico di almeno 9,9 %vol, ossia nel corso di ciascuna distillazione non si deve perdere una quantità di alcool superiore a 0,02 %vol.

Per le bevande spiritose, l'apparecchio deve soddisfare i seguenti requisiti :

- La distillazione di 200 ml di soluzione idroalcolica, con titolo noto prossimo al 50 % vol. non deve produrre una perdita di alcole superiore allo 0,1 % vol.

2.3.2 Acidità volatile

La normativa CEE non prescrive un tipo unico di apparecchio di distillazione, ma afferma che qualunque apparecchio o tecnica che soddisfi i seguenti 3 requisiti costituisce un apparecchio o tecnica ufficiale internazionale.

1) Il vapor d'acqua prodotto dal generatore deve essere esente da CO_2.
Si distillano 20 ml di acqua raccogliendo 250 ml di distillato, addizionando 0,1 ml di NaOH 0,1 N e 2 gocce di fenolftaleina all'1 % in alcool: il colore deve rimanere rosa stabile per almeno 10 secondi.

2) Il 99,5 % dell'acido acetico contenuto in una soluzione 0,1 M deve ritrovarsi nel distillato.
Si distillano 20 ml di acido acetico 0,1 M. Si raccolgono 250 ml di distillato e si titolano con almeno 19,9 ml di NaOH 0,1 N.

3) Si ritrova nel distillato al massimo lo 0,5 % di una soluzione 1 M di acido lattico.
Si distillano 20 ml di una soluzione 1 M di acido lattico, si raccolgono 250 ml di distillato e si titolano con al massimo 1,0 ml di NaOH 0,1 N.

3. OPERATIVITÀ

3.1 MENU SELEZIONE LINGUA

Per selezionare una lingua diversa da quella correntemente utilizzata operare come segue:

- Spegnere il SUPER DEE tramite l'interruttore.
- Riaccenderlo tenendo premuto il pulsante **SHIFT** sulla tastiera e mantenerlo premuto fino al termine del test iniziale.
- Verrà visualizzata la lingua corrente e le frecce avanti/indietro in corrispondenza dei tasti **A** e **C**. Mediante questi due tasti ci si sposta fra le lingue disponibili.
- Una volta individuata la lingua desiderata confermare la scelta con il tasto **MODE**.

3.2 MENU OPERATIVO

Vedere anche il capitolo 6 (ANALISI - Esempio di distillazione)

Il display dello strumento visualizza due linee di testo: quella superiore indica lo stato operativo, quella inferiore descrive la funzione associata ai tre tasti **A B** e **C**.

Modo: Alcool **Alcool Volat.**	All'accensione lo strumento si posiziona sul menu di selezione del tipo di analisi (ALCOOL o VOLATILE)

Selezionando ALCOOL, col tasto **A**, lo strumento si predispone per una distillazione tramite elettrodi; selezionando VOLATILE, col tasto **B**, si predispone per una distillazione in vapore ed inizia a riscaldare le caldaie. Per una corretta distillazione in vapore si raccomanda di predisporre lo strumento in modalità VOLATILE alcuni minuti prima della distillazione ed eventualmente eseguire una distillazione a vuoto inserendo acqua al posto del campione.

Premendo il tasto **MODE** ci si sposta al menù successivo,

Set : 80 **80 160 240**	Il programma prevede tre set point predefiniti di 80, 160 e 240 grammi selezionabili premendo rispettivamente i tasti **A**, **B** o **C**.

La bilancia di precisione incorporata visualizza il grammo

Set : 87 **- +**	E' in ogni caso possibile modificare ciascuno dei valori premendo il tasto **SHIFT** in combinazione con il tasto **A** (**-**) o **B** (**+**).

Premendo il tasto **MODE** ci si sposta al menù di avvio della distillazione,

Pronto **Avvio**	Da qui è possibile iniziare la distillazione premendo il tasto **A** associato alla funzione AVVIO. Mettere sulla bilancia matraccio o beuta, altrimenti NON parte.

Avviata la distillazione il display visualizzerà il valore di peso raggiunto e quello da raggiungere (nell'esempio rispettivamente 15 e 80).

15 -> 80 **Stop**	Una volta raggiunto il valore prefissato (80) lo strumento NON riparte se non si toglie il matraccio/beuta

Quando la distillazione è attiva l'unico tasto abilitato è quello associato a STOP (**B**). E' possibile interrompere la distillazione in ogni momento premendo il tasto **B** associato al comando STOP.

4 DETERMINAZIONE DELL'ACIDITÀ VOLATILE

Introdurre nell'ampolla 20 ml di vino decarbonicato. Se lo si ritiene necessario (per esempio se il vino ha un'acidità fissa minore di 6 g/l) aggiungere 1 ml di acido tartarico al 50 %. Abbassare la protezione e chiudere l'ampolla. Inserire una beuta sulla bilancia altrimenti non parte la distillazione (vedi figura 3) e premere il tasto START. La distillazione si blocca automaticamente nel momento in cui sono stati raccolti 250 ml di distillato. Il tempo di distillazione è di circa 6-7 minuti.
Al termine della distillazione, aggiungere al distillato qualche goccia di fenolftaleina 1 % e titolare con NaOH 0,1 N fino alla comparsa del colore rosa stabile per almeno 10 secondi. Siano **n** i millilitri utilizzati.

Acidità volatile lorda = n x 0,3

Per ottenere il valore dell'acidità volatile corretta è indispensabile procedere alla determinazione dell'anidride solforosa, la cui quota dovrà essere sottratta dall'acidità volatile lorda.

Figura 3

4.1 DETRAZIONE PER L'ANIDRIDE SOLFOROSA

Aggiungendo al distillato già titolato qualche goccia di acido solforico diluito 1:4 e circa 5 ml di salda d'amido 1%, la soluzione deve ritornare incolore.

Titolare l'anidride solforosa libera con I_2 N/100 fino al viraggio al blu dell'indicatore. Siano n' i millilitri utilizzati.

Passare ad ambiente alcalino aggiungendo 20 ml di soluzione satura di borato di sodio. La soluzione ritorna rosa.

Titolare con I_2 N/100 fino alla comparsa del blu. Siano n'' i millilitri utilizzati.

Sottrarre dai ml di NaOH 0,1 N (n) una quantità pari a: $\frac{n'}{10} + \frac{n''}{20} = n'''$

Acidità volatile corretta = (n – n''') x 0,3 (espressa in g/l di acido acetico)

La titolazione del distillato per la determinazione dell'acidità volatile, sia lorda che corretta, avviene in modo automatico utilizzando l'analizzatore enologico QUICK prodotto dalla Gibertini Elettronica.

5 DISTILLAZIONE VINI E BEVANDE SPIRITOSE

5.1 PROCEDURA DI DISTILLAZIONE PER VINI

I vini giovani frizzanti o spumanti vengono preventivamente privati della CO_2 per agitazione e successiva filtrazione su carta oppure lasciandoli per alcuni minuti in un bagno di ultrasuoni.

Procedura vini	Osservazioni
1. Si versa il vino fino al segno nell'apposito matraccio[1]	E' consigliabile che la temperatura del campione sia 20 °C. Si può operare anche a temperatura ambiente: tra prelievo e riporto a volume dopo distillazione è concesso uno scarto massimo pari a ± 2 °C.
2. Si versa il contenuto nell'ampolla del distillatore	
3. Si lava 3 volte il matraccio con pochi ml di acqua distillata che vengono versati nell'ampolla	
4. Si alcalinizza nettamente mediante aggiunta[2] di una sospensione di latte di calce (2M) contenente 120 g/litro di CaO	Può risultare utile l'impiego di cartine indicatrici alla fenolftaleina; visivamente, comunque, si ottiene il viraggio della sostanza colorante del vino per effetto dell'alcalinità. Questa operazione è necessaria per evitare che passino nel distillato sostanze volatili (acido acetico, anidride solforosa, aldeidi, ecc.) che interferirebbero sulla densità Lo scopo desiderato è infatti quello di ottenere un distillato il più possibile simile ad una soluzione idroalcolica, cioè una miscela alcool.-acqua.
5. si aggiungono alcune gocce di antischiuma	Trattasi di una sospensione acquosa di siliconi o a base di polimeri ossietilenici. La formazione di schiuma nell'ampolla rallenta la distillazione e non favorisce il passaggio dell'etanolo nel distillato. La presenza di zuccheri nel campione fa aumentare la tendenza alla formazione di schiuma.
6. Si raccolgono almeno 75 ml di distillato nello stesso matraccio usato in precedenza e nel quale sono stati posti circa 2 ml di acqua distillata	L'aggiunta di acqua serve per evitare perdite di alcool. La raccolta del distillato si blocca automaticamente al raggiungimento della quantità stabilita mediante la bilancia di precisione.
7. Si aggiunge acqua distillata fin quasi a volume, si tappa e si porta esattamente a volume quando è stata raggiunta la temperatura di 20°C o comunque la temperatura del campione prima della distillazione	È consigliabile l'uso di un bagno termostatico
8. si tappa e si agita con cautela senza produrre bolle	Lo scopo è quello di omogeneizzare il distillato ottenuto su cui si procede alla determinazione della densità.

[1] *I matracci sono tarati ed intercambiabili in massa, non in volume.*
Si può ricordare che i nostri matracci esplicitamente NON indicano ml, ma semplicemente 100 - 200.
Noi infatti NON preleviamo 100 ml, ma una quantità ripetibile. Quindi l'accuratezza in ml NON è necessaria, ma è indispensabile che il volume del vino e del distillato sia lo stesso alla stessa temperatura.

[2] *La quantità esatta dipende dal campione.*

5.2 PROCEDURA DI DISTILLAZIONE PER BEVANDE SPIRITOSE

Le bevande spiritose presentano delle caratteristiche diverse da quelle dei vini:

- valori di TAV fino al 70%
- composizione variabile

Infatti esistono bevande spiritose dalle più svariate composizioni: dalle creme di whisky alle creme di frutta, liquori molto zuccherini come vodke alla frutta o limoncelli, liquori con estratti di piante aromatizzanti o di radici, oppure ancora bevande con l'uovo o con il caffè.
Inoltre l'elevato grado alcolico rende necessario effettuare:

- una distillazione più lenta in modo da assicurare il completo passaggio dell'alcool;
- la raccolta di un maggior volume di distillato (circa 95 ml).

E' quindi difficile pensare ad un metodo di distillazione comune a tutti i tipi di bevande spiritose in quanto i vari ingredienti molte volte interferiscono in maniera diversa nella distillazione impedendo il completo passaggio dell'alcool.
Di seguito si indica una procedura per le bevande spiritose che consente di effettuare una buona distillazione in tempi brevi, senza eccessivi schiumeggiamenti, ottenendo un distillato limpido; metodiche specifiche sono riportate nel paragrafo successivo.

Procedura bevande spiritose	Osservazioni
1. Versare il campione fino al segno nello apposito matraccio[3]	E' consigliabile che la temperatura del campione sia 20 °C. Si può anche operare a temperatura ambiente: tra prelievo e riporto a volume dopo distillazione è concesso uno scarto massimo pari a ± 2 °C.
2. versare il contenuto nell'ampolla del distillatore	
3. lavare il matraccio 3 volte con circa 10 ml di acqua distillata	
4. aggiungere la "**soluzione per liquori**":[4] soluzione 1:1 di NaCl 1% e allume di potassio 12% $[KAl(SO_4)_2]$	Lo scopo è quello di aumentare la conducibilità del campione e di trattenere sostanze aromatiche
5. aggiungere alcune gocce antischiuma	Trattasi di una sospensione acquosa siliconica o a base di polimeri ossietilenici. L'aggiunta impedisce la formazione di schiume che impedirebbero il normale passaggio dei vapori di alcool
6. raccogliere ≈ 95 ml di distillato nello stesso matraccio utilizzato per la misura del campione e nel quale sono stati posti 2 ml di acqua distillata fredda	
7. portare a volume con acqua distillata accertandosi che il distillato abbia raggiunto la temperatura di 20°C o comunque la temperatura del campione prima della distillazione	È consigliabile l'impiego di un bagno termostatico
8. si tappa e si mescola con molta cautela evitando bolle	

Per quanto riguarda le acquaviti la metodica è la stessa riportata per i vini con l'avvertenza di aggiungere una quantità minore di latte di calce: a causa della bassa acidità di tali prodotti, sono sufficienti 1-2 ml.
Nel caso di gradazioni alcoliche superiori a 50 % vol è consigliabile diluire il prodotto 1:2.

[3] *Idem nota 1*

[4] *Per le quantità vedere Tabella 1*

5.3 CONFRONTO TRA IL SUPER DEE ED IL DISTILLATORE IN VETRO OIV

Sono state eseguite prove di distillazione con bevande spiritose dalle più svariate composizioni. Ogni liquore è stato distillato :

- con il distillatore SUPER DEE seguendo la procedura riportata sopra.
- con distillatore di vetro utilizzando la procedura ufficiale dell'OIV .

Quest'ultimo distillatore soddisfa il saggio ufficiale OIV.
I risultati ottenuti con le due apparecchiature sono riportati in **TABELLA 1**.
Per ciascun campione è stata elaborata una metodica specifica da impiegare con il distillatore SUPER DEE. In generale si può consigliare :

- In liquori molto zuccherini usare piccole quantità di acqua distillata per lavare il matraccio (meno di 10 ml); in diversi casi questa soluzione ha impedito la formazione di emulsioni che possono provocare una distillazione non corretta;
- In liquori contenenti latte o panna non mettere la soluzione per liquori (fa cagliare il latte creando un coagulo difficile da eliminare).

I risultati ottenuti con l'impiego del distillatore SUPER DEE sono senza dubbio confrontabili con quelli ottenuti con il distillatore in vetro OIV, con tempi di gran lunga inferiori.
Le differenze riscontrate, su alcuni campioni, tra i dati sperimentali ed i valori dichiarati in etichetta rientrano nella tolleranza prevista dalla attuale legislazione (0,3 % vol sul TAV dichiarato).

Per ulteriori informazioni si rimanda al libro "Metodo di analisi dei vini e delle bevande spiritose" Gibertini – nell'edizione corrente.

TABELLA 1

CAMPIONE	*INGREDIENTI*	*PROCEDURA D.E.E.*	*%vol D.E.E.*	*Dichiarato*
Liquore tipo Strega	Alcool idrato, zucchero, aromi naturali, zafferano	100 ml +1.5 ml antischiuma +3 ml soluz. per liquori	40.37	40
Crema di Limoni	Acqua, zucchero, infuso di limone, latte, panna, alcool, sciroppo di glucosio	100 ml +12 ml antischiuma	22.05	22
Grappa di lamponi	Grappa, succo di lamponi, zucchero, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma +3 ml soluz. per liquori	32.02	32
Limoncello	Alcool, zucchero, infuso di scorze di limoni, aromi naturali	100 ml + 3 ml antischiuma +10 ml latte di calce	30.29	30
Crema Whisky	Panna di latte, zucchero, Whisky, acqua, aromi naturali	100 ml +15 ml antischiuma	14.71	15
Grappa	Grappa	100 ml +5 gocce antischiuma +3 ml soluz. per liquori	40.12	40
Pina Colada	Zucchero, alcool, panna, rhum, latte, aromi	100 ml + 9 ml antischiuma	16.80	17
China Martini	Zucchero, alcool, aromi, colorante: caramello; acidificante: acido citrico	100 ml +15 ml antischiuma + 10 ml latte di calce	31.00	31

(segue)

CAMPIONE	*INGREDIENTI*	*PROCEDURA D.E.E.*	*%vol D.E.E.*	*Dichiarato*
Vermuth Bianco	Vino, zucchero, alcool, aromi	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml latte di calce	16.06	16
Anice forte	Alcool, zucchero, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluz. per liquori	40.02	40
Liquore al caffè	Zucchero, alcool, caffè, aromi naturali	100 ml + 12 ml antischiuma	32.89	33
Cherry	Alcool, zucchero, succo di marasche, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluz. per liquori	30.03	30
Tequila	Distillato di agave techilana	100 ml +1.5 ml antischiuma + 2 ml soluz. per liquori	38.14	38
Pastis	Alcool, zucchero, $2^{0}/_{00}$ anetolo, infusi di sostanze vegetali, aromi naturali,	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluz. per liquori	44.76	45
Vodka alla banana	Vodka, zucchero, succo di banana, aromi	100 ml +1.5 ml antischiuma + 3 ml soluz. per liquori	25.17	25
Brandy	Alcool idrato, Brandy, aromi naturali, colorante: caramello	100 ml + 3 ml antischiuma + 2 ml soluz. per liquori	36.07	36
Liquore al cioccolato e menta	Latte, Zucchero, panna, sciroppo di glucosio, alcool, proteine del latte, infuso di cacao, aromi colorante: caramello	100 ml + 12 ml antischiuma	16.06	16
Cachaca	Distillato di canna da zucchero	100 ml + 3 ml antischiuma + 3 ml soluz. per liquori	43.66	43
Amaretto (alcolato per uso esclusivo di pasticceria)	Alcool, caramello, aromi	(25 ml di campione e raccolti 100 ml di distillato) 25ml + 75ml acqua distillata + 3 ml antischiuma + 3 ml soluz. per liquori	valore % vol $\times$ 4 = 70.00	70
Sake	Distillato di riso	100 ml + 1 ml antischiuma + 10 ml soluz. per liquori	15.85	16
Sambuca	Alcool, zuccheri, anice, aromi naturali	100 ml + 5 ml antischiuma + 8 ml soluz. per liquori	39.86	40
Cointreau	Alcool, zuccheri, aroma arancia	100 ml + 5 ml antischiuma + 7 ml soluz. per liquori	39,81	40

NOTA
Gli esempi riportati hanno carattere indicativo e non possono quindi essere esaustivi.

6 ANALISI – Esempio di distillazione

6.1 SCELTA DEL TIPO DI ANALISI

Figura 4

80 /160 per distillare alcool
240 per volatile

Dati modificabili: premendo **SHIFT** appare **+** o **-**

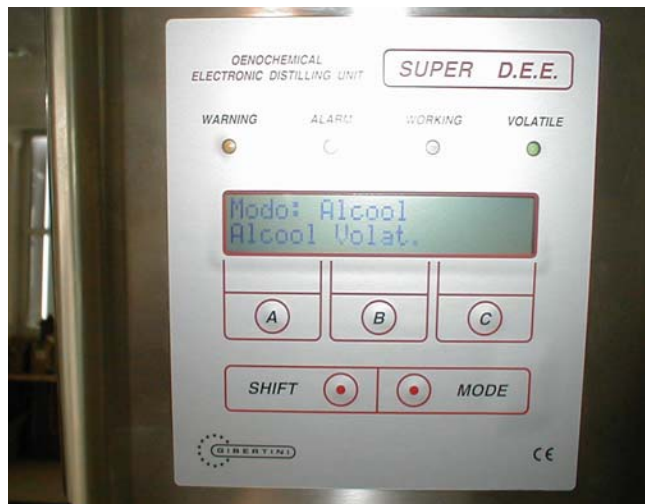
SCEGLIERE IL TASTO D'USO :

80	=	100 ml	*Tasto **A***	ALCOOL
160	=	200 ml	*Tasto **B***	
240	=	240 ml	*Tasto **C***	VOLATILE

6.2 SELEZIONE MODALITÀ ALCOOL / VOLATILE

Per selezionare la modalità ALCOOL premere il tasto **A**.

Confermare col tasto **MODE**.

Figura 5

Per selezionare la modalità VOLATILE premere il tasto **B**.

Confermare col tasto **MODE**.

Figura 6

6.3 AVVIO DELLA DISTILLAZIONE

Per avviare la distillazione premere il tasto **A**.

Figura 7

ATTENZIONE: prima di avviare la distillazione controllare:
- **che il tappo dell'ampolla sia ben chiuso (ruotare la manopola in senso orario)**
- **che il matraccio, o la beuta, sia sulla bilancia**
- **che la protezione sia abbassata.**

Se non c'è un matraccio, o una beuta, sulla bilancia e se la protezione non è abbassata completamente, la distillazione NON parte ed un segnale acustico avvisa dell'anomalia.

Esempio di distillazione:
-tappo e scarico chiusi
-matraccio/beuta sulla bilancia
-protezione abbassata.

Figura 8

6.4 LAVAGGIO AMPOLLA

Dopo ogni distillazione aprire lo scarico e lavare l'ampolla con la doccia a pistola in dotazione al SUPER DEE.

Figura 9

Quando il SUPER DEE NON è in uso lasciare aperto lo scarico.

Figura 10

7 MESSAGGI DI ERRORE

Sono previste segnalazioni delle principali anomalie e/o situazioni operative mediante messaggi sul display e accensione delle spie **WARNING** e **ALARM**.

Si ricorda che, per un funzionamento corretto, l'impianto deve avere una portata di 5 litri/minuto e che l'acqua deve avere una temperatura di 20°C max e una pressione di almeno 2 bar.

1) In caso di pressione acqua insufficiente o mancante apparirà il messaggio:

Errore ! **Press. acqua bassa**	*LO STRUMENTO NON PARTE (Fig. 11)*

2) In caso di flusso assente o insufficiente verrà visualizzato per dieci secondi il messaggio:

Manca acqua	*LO STRUMENTO NON PARTE*

Al persistere della situazione di errore la distillazione sarà annullata e il programma rimarrà in attesa di conferma di lettura del messaggio di errore da parte dell'operatore.

Manca acqua **Ok**	*CONFERMARE LA LETTURA DEL MESSAGGIO*

3) In caso di acqua refrigerante troppo calda (superiore a 20°C) la spia gialla inizierà a lampeggiare. Premendo il tasto Avvio per iniziare una distillazione lo strumento attenderà 10 secondi e, al persistere della condizione anomala, verrà visualizzato il messaggio:

Acqua troppo calda **Continua Annulla**	*CONFERMARE O ANNULLARE LA DISTILLAZIONE (Fig. 12)*

ATTENZIONE!
La temperatura dell'acqua di raffreddamento superiore a 20 °C compromette il risultato della distillazione sia dell'alcool che dell'Acidità Volatile.

Figura 11

Figura 12

Molte situazioni di errore prevedono la visualizzazione del messaggio di errore fino a quando la situazione non sia tornata alla normalità.

4) Se lo scarico è aperto apparirà il messaggio:

Attenzione! **Scarico aperto**

LO STRUMENTO NON PARTE SE NON VIENE CHIUSO LO SCARICO (Fig. 13)

5) Se la protezione in plexiglass è aperta apparirà il messaggio:

Attenzione! **Plexiglass aperto**

LO STRUMENTO NON PARTE SE NON VIENE CHIUSO IL PLEXIGLASS DI PROTEZIONE (Fig. 14)

Figura 13

Figura 14

8 MANUTENZIONE DELLO STRUMENTO

8.1 AMPOLLA DI DISTILLAZIONE

Dopo ogni distillazione, l'ampolla deve essere lavata in modo da evitare contaminazione del campione successivo.
Periodicamente pulire l'ampolla introducendo circa 500 ml di acqua distillata o demineralizzata e circa 20 ml di soluzione di cloruro di sodio NaCl 1 %. Avviare la distillazione in MODO ALCOOL.
Per eliminare eventuali incrostazioni che i campioni possono aver lasciato sugli elettrodi e/o sul vetro si può intervenire nei due modi seguenti:

Modo 1 - versare nell'ampolla una soluzione diluita di HCl 0,1N ed attendere qualche ora; utilizzare eventualmente uno scovolino.

oppure

Modo 2 - introdurre nell'ampolla la soluzione B, fornita con lo strumento, in quantità sufficiente a coprire le incrostazioni. Anche in questo caso attendere qualche ora e utilizzare eventualmente uno scovolino.

In ogni caso, sciacquare sempre accuratamente prima di riutilizzare il distillatore.

ATTENZIONE! – Non premere il tasto START quando nell'ampolla è presente la soluzione di lavaggio. Per maggior sicurezza scollegare la spina dalla rete elettrica.

8.2 ELETTRODI

Gli elettrodi, con l'uso, tendono ad assottigliarsi e devono quindi essere sostituiti per mantenere efficace la distillazione. E' difficile prevederne la durata in quanto questa dipende dal tipo di campioni analizzati e dalla frequenza di utilizzo dello strumento (approssimativamente 2000 distillazioni).

Per la sostituzione avvalersi del Servizio Assistenza Tecnica (SAT) GIBERTINI - tel. 02 3541434

8.3 COLONNA DI RETTIFICA

Durante il normale uso del SUPER DEE, la colonna non richiede una particolare pulizia. Se tuttavia ci sono motivi per ritenere che la colonna sia contaminata da residui acidi, si deve procedere ad una pulizia nel modo seguente:

- introdurre nell'ampolla circa 500 ml di acqua distillata o demineralizzata e circa 20 ml di soluzione di cloruro di sodio NaCl 1 %. Avviare la distillazione in MODO ALCOOL.

Non è necessario raccogliere il distillato. Interrompere la distillazione tenendo premuta verso il basso per qualche secondo la bilancia.

8.4 FUNZIONE DI SVUOTAMENTO

- Spegnere il SUPER DEE tramite l'interruttore.
- Riaccenderlo tenendo premuto il pulsante **B** sulla tastiera.
- Verrà visualizzato il messaggio **Staccare tubo acqua ed attendere svuotam.**
- Tramite la doccia svuotare il refrigerante.
- Attendere che la pompa del vapore abbia svuotato completamente il serbatoio dell'acqua distillata (non esce più acqua dall'ugello e la pompa diventa notevolmente rumorosa).
- Spegnere lo strumento.
- Inclinare lo strumento all'indietro per favorire l'uscita dell'acqua.

8.5 COLONNA DI DEMINERALIZZAZIONE (CARTUCCIA R3)

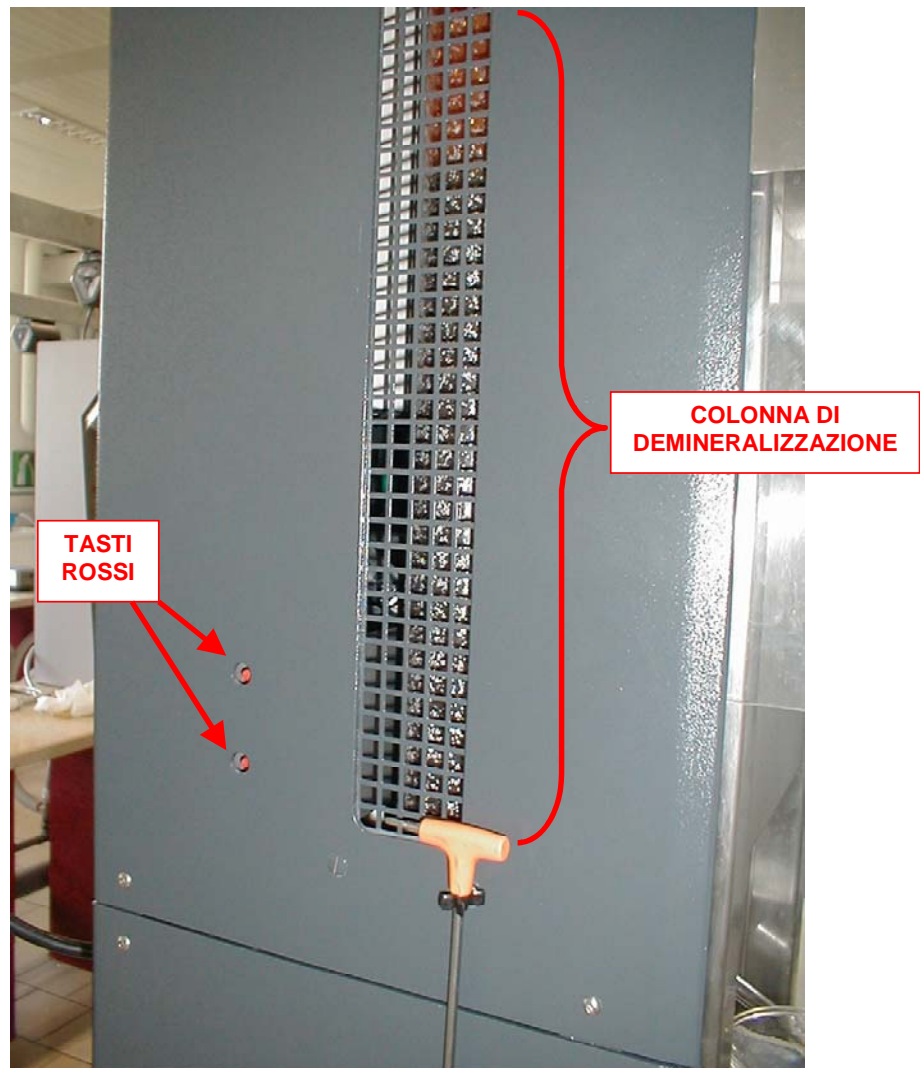



Figura 15

Sostituire la cartuccia di demineralizzazione quando è diventata di colore rosso su tutta la sua lunghezza (dopo circa 400 volatili). E' tuttavia consigliabile sostituire la cartuccia quando è di colore nero solo sugli ultimi 3-5 cm.
Sostituzione della cartuccia:

- svitare i dadi che tengono la cartuccia in posizione;
- inclinare la cartuccia lasciando in posizione l'estremità inferiore e chiudere con un dito il foro di ingresso dell'acqua (in alto). In questo modo si evita che l'acqua presente nella cartuccia si rovesci sui componenti sottostanti;
- sostituire la cartuccia facendo attenzione che le guarnizioni in ingresso e in uscita dalla cartuccia siano in posizione corretta;
- stringere i dadi di fissaggio.

Verificare che i tubi di trasporto dell'acqua siano privi di pieghe che possano impedire il flusso d'acqua.

8.6 CALDAIE

Se sul display appare la scritta **VERIFICA CALDAIE**, premere i due tasti rossi (Fig. 15).

NOTA
E' possibile concordare un'eventuale manutenzione periodica col *SAT* *(Servizio Assistenza Tecnica) della GIBERTINI - tel. 02 3541434*

OENOCHEMICAL
ELECTRONIC DISTILLING UNIT
SUPER D.E.E.
WARNING
ALARM
WORKING
VOLATILE
Pronto
Avvio
A
B
C
SHIFT
MODE
CE

1 UNPACKING

If the unit has been shipped by carrier, carefully unpack the cartons and stand the distillation unit on a bench. Identify the box containing the reagents, bottles and various connectors.
A visual check should be made of all items for evidence of any damage that, if found, must be reported to the carrier and the suppliers within 3 days.

1.1 STANDARD ACCESSORY KIT

Glassware

3 100 Volumetric flasks with plug
1 200 Volumetric flasks with plug
2 300 ml Conical flasks with plug
1 500 ml Dispenser
1 100 ml Dropper bottle
3 Dropper plastic pipettes

Reagents

1 500 ml Calcium oxide CaO suspension 12%
1 250 ml Tartaric acid 50 %
1 100 ml Concentrated silicone antifoam
1 500 ml Solution for liqueurs
1 500 ml solution to clean glass nozzle (solution B)

Fittings

1 Water inlet tubing and clips
1 Water drainage tubing and clip
1 Tube for phial
1 Tube for peristaltic pump
1 Tube for steam

Spare parts

1 Cartridge for water (column of deionisation)

NOTE
The flasks are calibrated and interchangeable in mass, not in volume.
Remember that our flasks explicitly do not indicate ml, but only 100 and 200.
We DO NOT withdraw 100 ml, but a repeated quantity. So accuracy in ml is NOT necessary, but it is imperative that the volume of wine and distillate is the same at the same temperature.

1.2 ELECTRICAL REQUIREMENTS

Power surce:
220V (-10/+15%) - 50 Hz

Power consumption:
3300 W max
2600 W normal

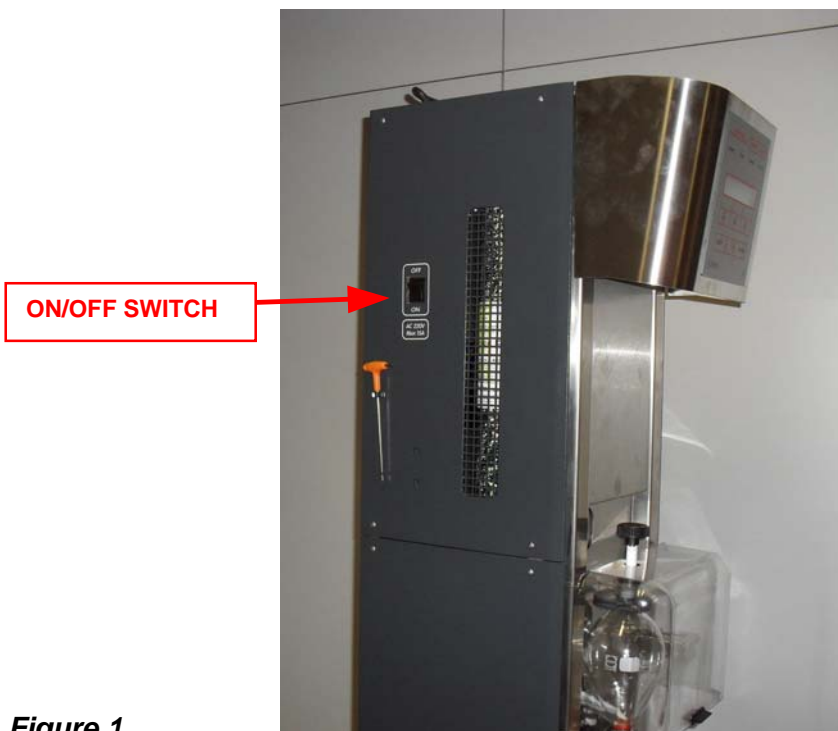



Figure 1

1.3 WATER REQUIREMENTS

WATER

Minimum pressure : 2 bar
Max temperature : 20 °C
Flow rate : 5 litres/min.

Warning – Verify the cleanness in relation to the water "hardness".

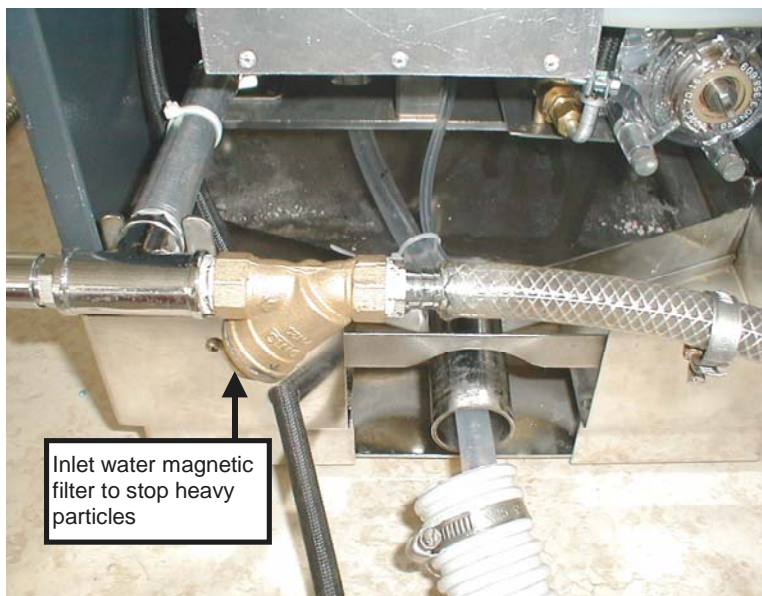



Figure 2

The water of the cooling column is used for the cleaning of the drainage basin.
If an other cleaning is necessary , select "Alcohol". Put the volumetric flask and start the distillation with empty distillation chamber

1.4 DIMENSIONS AND WEIGHT

Dimensions: L30 x D48 x H102 cm Net weight: 41 kg

2 SPECIFICATIONS

2.1 GENERAL DESCRIPTION

An automatic distillation unit designed for distillation of wines, spirits and beers for determination of alcohol content and volatile acidity.
The measured quantity of sample, (100 or 200 ml for alcohol content, 20 ml for volatile acidity), is placed in the distillation chamber, together with the reagents. Reagents are added to neutralise the sample and to make a conductive solution.
The distillate is collected in a volumetric flask mounted on a precision balance arm. The balance will stop the distillation when a preset volume has been collected.
For volatile acidity, the distillate is collected in a 300 ml conical flask.
The SUPER DEE can be used for determination of other analytical parameters of the wines (e.g. sorbic acid, total sulphur dioxide). For further informations see the book "Analysis methods of wines and alcoholic beverages" Gibertini – current Edition.
The SUPER DEE has an ecologic device for the waste water: the water passes through the cooling coil only during the distillation, and it cleans the drainage basin.
The SUPER DEE complies with the directives 2006/42 EEC and 85/375/EEC for the safety of the analysts. The instruments are also in accordance with the directive 2004/108 EEC (electromagnetic compatibility).

2.2 EXECUTION TIMES

Wines	100 ml	3 - 4 minutes
Wines	200 ml	6 - 7 minutes
Volatile acidity	250 ml	6 - 7 minutes
Spirits		4 - 8 minutes

2.3 COMPARISON WITH THE OFFICIAL METHODS

The instruments are in conformity with OIV methods as prescribed by Regulation n. 606/2009 EEC, both for the Alcoholic Strength by Volume (ASV) and for volatile acidity.

2.3.1 Alcoholic strength by volume (ASV)

For the wines, the current regulations permit the use of any model of apparatus for distillation or extraction with a steam current on condition that it satisfies the following test:
- Distill 5 times in succession a 10 % vol water-alcohol mixture. After the last distillation, the distillate should present an Alcoholic Strength by Volume of almost 9,9 % vol. In other words, during each distillation, the instrument does not lose a quantity of alcohol higher than 0,02 % vol.

For spirits, the following test must be satisfied:
- Distil 200 ml of water-alcohol solution, with well-known tritre near 50 % vol. The instrument does not lose a quantity of alcohol higher than 0,1 % vol.

2.3.2 Volatile acidity

The ECC legislation does not describe a unique type of distillation apparatus, but it states that any apparatus or technique, which satisfies the following 3 requirements, constitutes an official international apparatus or technique:

1) The steam of water produced by the generator must be free from CO_2. Distill 20 ml water collecting 250 ml of distillate, adding 0,1 ml di NaOH 0,1 N and 2 drops phenolphthalein 1 % in alcohol: the colour must remain stable pink for at least 10 seconds.

2) 99,5 % of acetic acid contained in a 0,1 M solution must be found in the distillate. Distil 20 ml acetic acid 0,1 M. Collect 250 ml distillate and titrate with at least 19,9 ml NaOH 0,1 N.

3) A maximum of 0,5 % of a 1 M solution of lactic acid may distil. Distil 20 ml of a M solution of lactic acid, collect 250 ml of distillate and tritrate with maximum 1,0 ml NaOH 0,1 N.

3. OPERATIVE MENU

3.1 LANGUAGE SELECTION MENU

To select a language different than the one currently set, operate as follows:

- Switch off the distillator with the ON/OFF SWITCH.
- Switch on again pressing simultaneously the **SHIFT** key on the keyboard and keep pressed until the end of the initial test.
- The display shows the current language and the shifting arrows in correspondence of **A** and **C** keys. Select the language with these two keys.
- Confirm with the **MODE** key**.**

3.2 OPERATIVE MENU

See also Chapter 6 (ANALYSIS – Example of distillation)

The instrument display is composed by two lines of text. The first shows the operative mode and the second describes the function corresponding to **A**, **B** and **C** keys.

Display	Description
Mode: Alcohol **Alcohol Volat.**	Switch On the instrument. The display shows the menu with the analysis type selection (alcohol or volatile)

By selecting the Alcohol Mode, the instrument it is ready for a distillation with electrodes. By selecting Volatile Mode, the instrument is ready for a distillation with steam and it starts to warm the boilers.
For a correct distillation with steam, it is recommended to predispose the instrument <u>in volatile mode some minutes before the distillation</u> and if needed to perform a distillation of water only.

By pressing the **MODE** key, it is possible to proceed to the next menu,

Display	Description
Set : 80 **80 160 240**	The software has 3 definite set points : **80**, **160** and **240** grams, selectable by pressing the **A**, **B** or **C** key respectively

The precision balance shows the gram.

Display	Description
Set : 87 **- +**	It is possible to modify these values by pressing the **SHIFT** key with the **A** (-) or **B** (+) key

By pressing the **MODE** key, it is possible to proceed to the distillation start menu,

Display	Description
Standby **Start**	It is possible to start the distillation by pressing the A key, correspondent to the START function. The distillation does not start without a volumetric flask or a conical flask on the balance.

Once the distillation has started, the display shows the weight value collected and the total volume to be collected.

Display	Description
15 -> 80 **Stop**	When the distillate reaches the selected quantity (80), the instrument does not accept a new start if the flask is not removed.

It is possible, at any moment, to stop the distillation by pressing the **B** key (**Stop**).
If the distillation is running, only the STOP key (**B**) is active. If the instrument is not active, it is possible to go to the following menu by the MODE key, to select the quantity of distillate to collect.

4 DETERMINATION OF VOLATILE ACIDITY

Pour into the distillation chamber 20 ml wine, free of CO_2. It is advisable to add 1 ml tartaric acid 50 % (for example if the wine has a fixed acidity less than 6 g/l).
Lower the plexiglas shield, close the distillation chamber and insert a conical flask on the balance, otherwise the distillation DOES NOT START (see figure 3), and press START push button.
The distillation stops automatically as soon as about 250 ml of distilled liquid have been collected. The time of distillation is 6-7 minutes.
At the end of the distillation, add to the distillate a few drops of phenolphtaleine 1 % and titrate with NaOH 0,1 N until the distillate appears of a stable pink colour for at least 10 seconds.
Be **n** the millilitres used.

Gross volatile acidity = n x 0,3

In order to obtain the correct value of volatile acidity, it is necessary to determine the amount of sulphur dioxide present in the distillate, whose quantity must be subtracted from the gross volatile acidity.

Figure 3

4.1 SUBTRACTION OF SULPHUR DIOXIDE SO_2

Add to the already titrated distillate a few drops of sulphuric acid solution diluited 1:4 and about 5 ml of starch paste 1%. The solution will become colourless.
Titrate the free sulphur dioxide with I_2 N/100 until the solution turns blue. Be **n’** the millilitres used.
Now make the solution alkaline by adding 20 ml of saturated sodium borate solution.
The solution will turn pink .
Titrate with I_2 N/100 until the appearance of the blue colour. **n’’** is the millilitres used.

Subtract from ml of NaOH 0,1 N (n) a quantity equivalent to: $\frac{n'}{10} + \frac{n''}{20} = n'''$

Correcy volatile acidity = (n – n’’’) x 0,3 (g/l acetic acid).
The automatic enological analyser GIBERTINI QUICK allows the titration of the distillate for the determination of volatile acidity, either gross or correct.

5 WINES AND SPIRITS DISTILLATION

5.1 THE DISTILLATION PROCEDURE FOR WINES

May the young fermenting wines or sparkling wines have any CO_2 removed by agitation or filtering through filter paper, or by short immersion in an ultrasonic bath.

Distillation procedure	Observations
1. The wine is poured up to the mark of the special flask[5]	The temperature of the sample should be 20 °C. One can also operate at room temperature: from the sampling and the bringing back to volume after distillation a maximum deviation of ± 2 °C is allowed.
2. The content is poured into the distillation chamber of the SUPER DEE	
3. The flask is washed 3 time with a few ml of distilled water that is also poured into the chamber	
4. The sample is fully alkalized by the addition[6] of a suspension of milk of lime (2M), containing 120 g/litre CaO	The use of phenolphtalein indicator paper can be useful. However, the coulour change in the wine is obtained, visually, because of the alkalinity of the wine. This procedure is necessary to avoid the distillation of the other volatile substances (acetic acid, sulphurous anhydride, aldehydes, etc.), which will interfere with the density. In fact, the desired goal is to obtain a distillate similar to a hydroalcolohic solution, that is to say a pure alcohol-water mixture.
5. A few ml of diluted antifoam is added	This is an aqueous suspension of silicones or of oxyethylenic polymers. Foaming in the bulb slows the distillation and disrupts the passage of ethanol into the distillate. The presence of sugars in the sample enhances the foam formation.
6. Add approximately 2 ml distilled water to the same flask the sample was measured in. Collect approximately 75 ml of distillate therein.	The addition of water serves to avoid the loss of alcohol. The distillation is stopped automatically by a balance mechanism when the correct quantity has been distilled.
7. Add distilled water to the flask nearly up to volume. It is stoppered and brought to volume once temperature of 20 °C or the temperature of the sample before distillation is reached.	The use of a thermostatic bath is suggested
8. The flask is stoppered and mixed with care to avoid bubbles	The aim is to ensure a homogeneous distilate because, the determination of gravity will proceed from this.

[5] *The flasks are calibrated and interchangeable in mass, not in volume.*
Remember that our flask explicitly DO NOT indicate ml, but only 100-200.
We DO NOT withdraw 100 ml, but a repeated quantity. So accuracy in ml is NOT necessary, but it is imperative that the volume of wine and distillate is the same at the same temperature.

[6] *The exact quantity depends on the sample.*

5.2 THE DISTILLATION PROCEDURE FOR SPIRITS

Spirits present different characteristics from those of wines:

- Values of ASV up to 70%
- Variable composition

In fact spirits with very different composition exist: from cream whisky to fruit creams, from very sweet liqueurs such as vodka with fruit or limoncello to liqueurs with extracts of aromatic plants or roots, or even drinks with egg or coffee.

In addition, the higher alcoholic strength results in:

- a very slow distillation in order to make sure of the complete extraction of alcohol;
- collection of a greater volume of distillate (around 95 ml).

It is difficult to find a common distillation method for all the different kinds of spirits because the various ingredients interfere with the distillation in different ways, sometimes blocking the passage of the alcohol. The basic procedure for spirits is listed below. This procedure allows carrying out a good distillation in a short time, without excessive foam, and resulting in a clear distillate; the specific methods applicable to different alcohol products are indicated in the subsequent paragraph.

The distillation procedure	Observations
1. The sample is poured up to the mark of the special flask[7]	It is recommended that the temperature of the sample is 20 °C. One can also operate at room temperature: a maximum deviation of ± 2 °C is allowed between the sampling and the bringing back to volume after distillation.
2. Pour the contents into the bulb of the distillatory	
3. Wash the flask 3 times with 10 ml of distilled water and add washings to distillatory bulb	
4. Add the "**solution for liqueurs**" [8]: solution 1:1 of NaCl 1% and $[KAl(SO_4)_2]$ 12%	The aim is to increase the conductivity of the sample and to suppress the aromatic substances.
5. Add a few ml of diluted antifoam	Its addition avoids the formation of foam which would be an obstacle to the normal distillation of the alcohol.
6. Add about 2 ml cold distilled water to the same flask used for measurement of the sample. Collect ≈ 95 ml of distillate therein.	
7. Add distilled water nearly up to volume, stopper and bring to volume when the temperature reaches 20 °C or the temperature of sample before distillation	USE OF A THERMOSTATIC BATH IS ADVISED
8. Stopper the flask and mix with care to avoid bubbles	

Regarding brandy, etc. the method is the same as the one indicated for wines, with the exception of the addition of a small quantity of lime milk: because of the low acidity of such products, 1-2 ml is sufficient. In case of alcoholic strength higher than 50 % vol, it is advisable to dilute to 1:2

[7] *See note 1*

[8] *For the quantity see Table 1*

5.3 COMPARISON BETWEEN THE SUPER DEE AND THE OIV GLASS DISTILLING UNIT

Tests of distillation with spirits with extremely varied compositions were carried out.
Each liqueur was distilled :

- with the SUPER DEE distilling unit following the above procedure;
- with a glass distilling unit using the official procedures of OIV.

This latter distilling unit satisfies the official OIV condition.
The results obtained with the two apparatus are shown in the **TABLE 1.**
A specific method was developed to be used with the SUPER DEE distilling unit for each different sample type. Generally it is recommended:

- very sweet liqueurs: use small quantities of distilled water to wash the flask (less than 10 ml); in many cases this solution blocks the formation of emulsions which can result in an incorrect distillation;
- liqueurs containing milk or cream: the solution for liqueurs should not be added (it may curdle the milk creating a clot that is difficult to clean out of the flask).

The results obtained with the use of the SUPER DEE distilling unit are without doubt comparable with those obtained with the OIV glass distilling unit, with the advantage of much shorter distillation times.
The differences found from the experimental data on some samples compared to the values indicated on the label fall within the tolerance expected by the current legislation (0,3 % vol on indicated ASV).

For further information see the book “Analysis methods of wines and alcoholic beverages”, Gibertini – current Edition.

TABLE 1

SAMPLE	*INGREDIENTS*	*DEE PROCEDURE*	*%vol DEE*	*Declared*
Liqueur type Strega	Alcohol water, sugar, natural flavours, saffron	100 ml +1.5 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	40.37	40
Lemon cream	Water, sugar, lemon infusion, milk, cream, alcohol, glucose syrup	100 ml +12 ml antifoam	22.05	22
Rakee of rasberries	rakee, raspberries juice, sugar, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	32.02	32
Limoncello	Alcohol, sugar, infusion of lemon rind, natural flavours	100 ml + 3 ml antifoam +10 ml milk of lime	30.29	30
Whisky cream	Dairy cream, sugar, Whisky, water, natural flavours	100 ml +15 ml antifoam	14.71	15
Rakee	Rakee	100 ml +5 drop antifoam +3 ml solution for liqueurs	40.12	40
Pina Colada	sugar, alcohol, cream, rhum, milk, flavours	100 ml + 9 ml antifoam	16.80	17
China Martini	Sugar, alcohol, flavours, colorants: caramel; acidifier: citric acid	100 ml +15 ml antifoam + 10 ml milk of lime	31.00	31

(continue)

SAMPLE	INGREDIENTS	DEE PROCEDURE	%vol DEE	Declared
White Vermuth	Wine, sugar, alcohol, flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 5 ml milk of lime	16.06	16
Strong anisette	Alcohol, sugar, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam +5 ml solution for liqueurs	40.02	40
Liqueur with coffee	sugar, alcohol, coffee, natural flavours	100 ml + 12 ml antifoam	32.89	33
Cherry	Alcohol, sugar, egriot juice, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam +5 ml solution for liqueurs	30.03	30
Tequila	Distillate of agave techilana	100 ml +1.5 ml antifoam +2 ml solution for liqueurs	38.14	38
Pastis	Alcohol, sugar, $2^{0}/_{00}$ anetolo, infusion of vegetable substances, natural flavours,	100 ml +1.5 ml antifoam +5 ml solution for liqueurs	44.76	45
Banana Vodka	vodka, sugar, banana juice, flavours	100 ml +1.5 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	25.17	25
Brandy	Alcohol hydrate, Brandy, natural flavours, colorant: caramel	100 ml + 3 ml antifoam +2 ml solution for liqueurs	36.07	36
Liqueur with chocolate and mint	Milk, sugar, cream, glucose syrup, alcohol, milk protein, infusion of cacao, flavours, colorant: caramel	100 ml + 12 ml antifoam	16.06	16
Cachaca	Distillate of sugar-cane	100 ml + 3 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	43.66	43
Amaretto (alcoholized for exclusive use in confec-tionery)	Alcohol, caramel, flavours	25 ml + 75 ml distilled water (collect 100 ml) + 3 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	% vol value $\times$ 4 = 70.00	70
Sake	Distillate of rice	100 ml + 1 ml antifoam +10 ml solut. for liqueurs	15.85	16
Sambuca	Alcohol, sugars, anicette, natural flavours	100 ml + 5 ml antifoam +8 ml solution for liqueurs	39.86	40
Cointreau	Alcohol, sugars, orange flavours	100 ml + 5 ml antifoam +7 ml solution for liqueurs	39,81	40

NOTE
The samples are only indicative, so they must not be considered exhaustive.

6 ANALYSIS – Example of distillation

6.1 ANALYSIS TYPE SELECTION

Figure 4

80 / 160 for alcohol distillation
240 for volatile

Push **SHIFT** to modify the data.
The display shows **+** o **-**

TO SELECT THE KEY FOR USE :

80	=	100 ml	*key **A***	ALCOHOL
160	=	200 ml	*key **B***	
240	=	240 ml	*key **C***	VOLATILE

6.2 SELECTION MODE - ALCOHOL / VOLATILE

To select ALCOHOL mode push the **A** key.

Confirm with the **MODE** key.

Figure 5

To select VOLATILE mode push the **B** key.

Confirm with the **MODE** key.

Figure 6

6.3 START DISTILLATION

Start distillation pushing the **A** key.

Figure 7

WARNING

Before starting the distillation check that the plug is indeed closed (turn clockwise the knob), the flask is installed on the balance and the protection is completely lowered.
If there aren't these conditions the distillation don't start and an acoustic signal informs of the anomaly.

Example of distillation:
-plug and drainage closed
-flask on the balance
-protection down.

Figure 8

6.4 DISTILLATION CHAMBER CLEANING

After the distillation open the drainage and clean the distillation chamber with the shower supplied with SUPER DEE

Figure 9

When the SUPER DEE distilling unit is not in use leave the drainage open.

Figure 10

7 ERROR MESSAGES

There are indications for the main anomalies. The display shows the messages with the operative situations and the lights **WARNING** and **ALARM**.
Remember that, for a correct operation, the system must have a capacity of 5 litres/min. and that the water must have a temperature of 20°C max and a pressure of at least 2 bar.

1) In case of NO water or low water pressure:

Display	
Error ! **Water press. low**	*THE INSTRUMENT DOES NOT START (Fig. 11)*

2) After 10 seconds the display shows the message

Display	
No water	*THE INSTRUMENT DOES NOT START*

If the error situation continues the distillation will be cancelled and the program will wait to confirm the reading of the message by operator.

Display	
No water **Ok**	*CONFIRM THE READING OF THE MESSAGE.*

3) In case of cooling water too hot the yellow light flashes. Push the START key to start a distillation. The instrument will wait 10 seconds and if the error situation remains the operator will select if to continue or cancel the distillation.

Display	
Water too hot **Go on Cancel**	*CONFIRM OR CANCEL THE DISTILLATION (Fig. 12)*

ATTENTION!
The temperature of the cooling water upper 20 °C compromises the result of the distillation whether in alcohol or Volatile acidity mode.

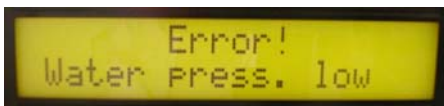



Figure 11

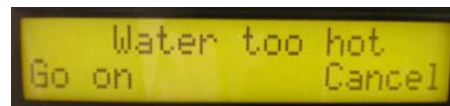



Figure 12

Many situations of error have the indication of the error message until the restored normal situation.

4) In case of drainage open the following message will appear:

Display	
Attention! **Drainage open**	*THE DISTILLATION DON'T START.* *THE INSTRUMENT WAITS FOR THE CLOSURE OF THE DRAINAGE (Fig. 13)*

5) In case of open plexiglas the following message will appear:

Display	
Attention! **Plexiglass open**	*THE DISTILLATION DOES NOT START.* *THE INSTRUMENT WAIT FOR THE CLOSURE OF THE PLEXIGLASS (Fig. 14)*

Figure 13

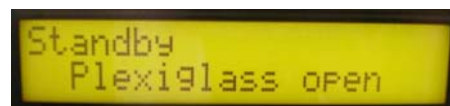



Figure 14

8 MAINTENANCE

8.1 DISTILLATION CHAMBER

After each distillation the distillation chamber must be washed with water to prevent contamination of the successive sample.
Periodically clean the distillation chamber introducing approximately 500 ml of distilled or demineralised water and approximately 20 ml of sodium chloride NaCl 1% solution. Start the distillation in ALCOHOL MODE.
To remove deposits or incrustations that the samples can have left on the electrodes and/or on the glass can be done in the two following ways:

1- Pour into the distillation chamber a dilute solution of HCl 0,1N. Await some hour and eventually use a tube-brush to clean the chamber.

2- Introduce into the distillation chamber the solution B, supplied with the instrument, in sufficient quantity to cover the incrustations. Also in this case to await some hour and use eventually a tube-brush.

In any case rinse always accurately the distillation chamber before reuse the instrument.

WARNING! Don't press the START button when into the distillation chamber there is a cleaning solution. For more safety remove the power socket from the main.

8.2 ELECTRODES

The electrodes will gradually diminish in size and will have to be replaced at some stage. It is difficult to predict the frequency of replacement because it will depend on total usage and type of sample (approx. 2000 tests).
For the replacement call the SAT (Service) of GIBERTINI - Phone (+39) 023541434 or your supplier.

8.3 RECTIFICATION COLUMN

During the normal use of the SUPER DEE, the column doesn't require a particular cleanness. However, if the column is contaminated by acid residues, it is necessary to clean it in this way :

- fill the distillation chamber with about 500 ml of distilled water and 20 m of sodium chloride NaCl 1 % solution. Start distillation in ALCOHOL MODE.

It is not necessary to collect the distillate. Stop the distillation holding pressed toward the balance for some second.

8.4 EMPTYING FUNCTION

- Switch off the DISTILLATOR with the ON/OFF SWITCH.
- Switch on pressing simultaneously the **B** key on the keyboard.
- The display shows the message "**Take off water tube Wait for tank drain"**
- Empty the cooling coil using the shower.
- Wait for the complete emptying of the distilled water tank by means of the steam pump (the water finishes to go out by the nozzle and the pump becomes very noisy). Switch off the instrument.
- Incline the instrument backwards to help the exit of water.

8.5 DEIONISATION COLUMN (REFILL R3)

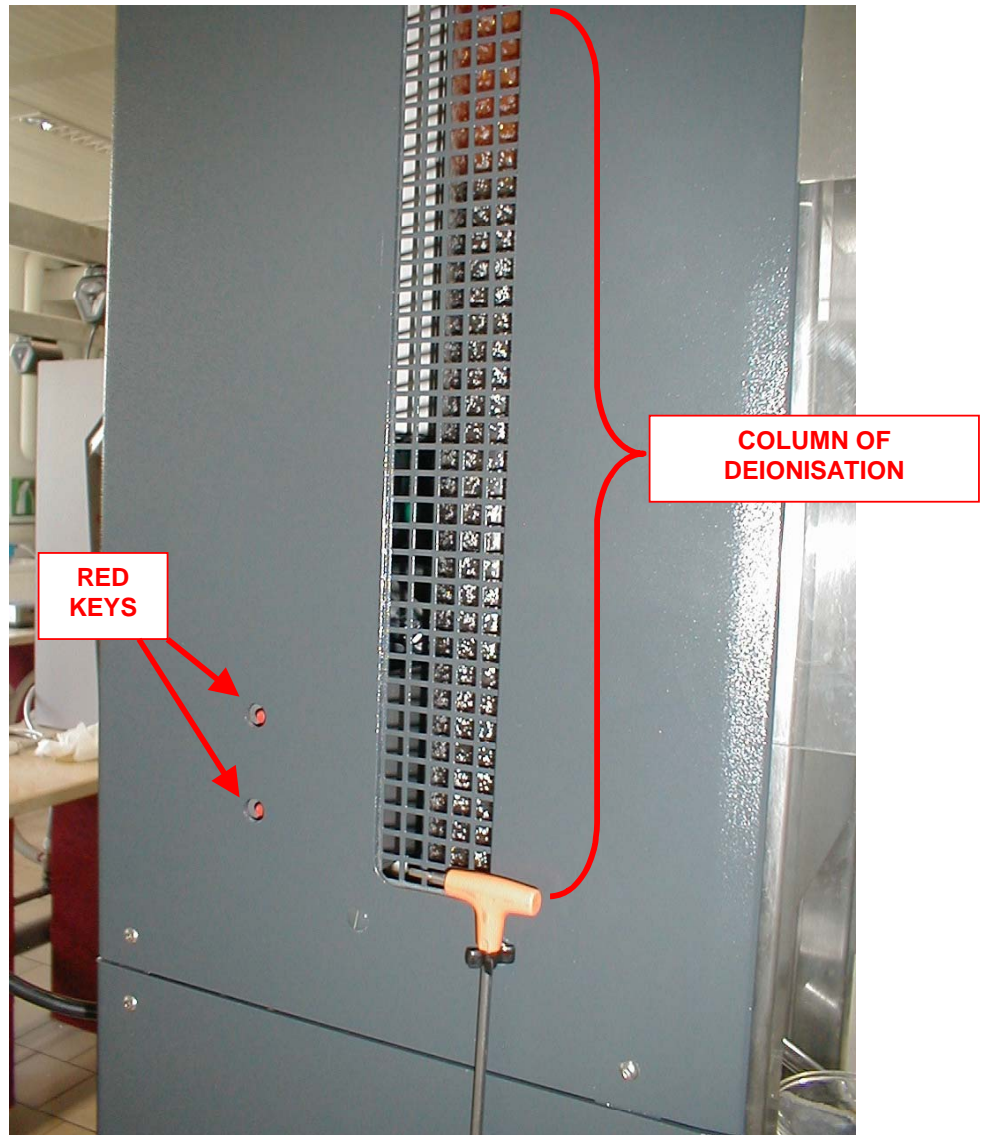



Figure 15

Replace the column when it is completely red (after about 400 volatiles). It is advisable however to replace the cartridge when it is black only in the last 3-5 cm.
Replacement of the cartridge:

- unscrew the nuts that keep the cartridge in position;
- incline the cartridge leaving the bottom end in position. Close the water inlet hole (on top) with a finger to prevent water from spilling over the components underneath;
- substitute the cartridge paying attention that the inlet and outlet gaskets of the cartridge are in the correct position;
- screw in the fixing nuts.

Verify that the water pipes do not have bents that may prevent water to flow freely.

8.6 BOILERS

If the display shows **CHECK BOILERS**, push the 2 red keys (Fig. 15).

NOTE
Arrange a possible periodic maintenance with the GIBERTINI SAT (Service) *- tel. (+39) 02 3541434*